

# PENGARUH VARIASI PH TERHADAP KARAKTERISTIK OKSIDA-BESI BERBASIS LIMBAH BESI TERKOROSI

Anisa Indriawati<sup>1,a</sup>, Wira Wana<sup>1</sup>, Rifqi Almusawi Rafsanjani<sup>2</sup>, dan Fitri Afriani<sup>1</sup>

<sup>1)</sup>Departemen Fisika Fakultas Teknik Universitas Bangka Belitung  
Kampus Terpadu, Universitas Bangka Belitung, Balunijuk, Merawang, Bangka Belitung

<sup>2)</sup>Departemen Fisika Universitas Indonesia  
Kampus Universitas Indonesia, Depok, Jawa Barat

<sup>a)</sup> email korespondensi: [anisaind.ind@gmail.com](mailto:anisaind.ind@gmail.com)

## ABSTRAK

Material feromagnetik memegang peranan yang sangat penting dalam perkembangan teknologi. Sintesis material feromagnetik seringkali membutuhkan oksida besi, baik berupa  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  maupun  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Sintesis oksida besi telah dilakukan oleh peneliti dengan memanfaatkan limbah besi terkorosi. Limbah besi terkorosi diduga memiliki kandungan oksida besi yang cukup tinggi jika diberi perlakuan yang tepat. Sintesis dilakukan dengan metode *sol-gel* dengan variasi pH 7, 9, dan 11. Karakterisasi yang dilakukan meliputi karakterisasi XRF dan XRD. Kadar oksida besi yang diperoleh sangat tinggi, yaitu sebesar 90.26%. Berdasarkan hasil karakterisasi XRD, fase oksida besi yang terbentuk pada pH 7 dan 9 yaitu berupa  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ . Hal ini berbeda dengan sampel pada variasi pada pH=11 dimana oksida besi mengalami transisi menjadi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Ukuran partikel pada variasi pH=7, 9, dan 11 masing-masing adalah 99.137 nm, 99.140, dan 24.939 nm.

**Kata kunci:** *Material magnetic,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , Sol-Gel, Limbah Besi*

## PENDAHULUAN

Material feromagnetik memegang peranan penting dalam perkembangan teknologi. Aplikasi material feromagnetik antara lain sebagai inti transformator, penguat suara, komponen generator, device penyimpanan data dan masih banyak lagi. Beberapa contoh material feromagnetik yaitu besi, baja, nikel, kobalt dan lain-lain. Material feromagnetik telah dikembangkan, melalui beragam metode sintesis sehingga menghasilkan material paduan seperti Nd-Fe-B, Si-Fe, Co-Fe-B, Ni-Fe, dan lain sebagainya.

Sintesis bahan feromagnetik seringkali membutuhkan oksida besi dalam bentuk  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (bersifat paramagnetik) maupun  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (bersifat feromagnetik). Beberapa sintesis bahan feromagnetik yang membutuhkan kedua senyawa tersebut misalnya sintesis nanokomposit feromagnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4 @ \text{SiO}_2$  dengan metode kopresipitasi (Ningsih, 2017) dan sintesis nano komposit *smart magnetic brownmillerite*  $\text{CaFe}_2\text{O}_5/\text{NiFe}_2\text{O}_4$  dengan mencampurkan  $\text{CaCO}_3$ , NiO, dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (Madesa, 2016).

Melihat pentingnya oksida besi untuk menciptakan material feromagnetik, maka sintesis oksida besi harus dilakukan. Beberapa penelitian yang dimaksud misalnya sintesis  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dari bijih besi alam menggunakan metode presipitasi. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa serbuk  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  memiliki fase rhombohedral pada suhu kalsinasi  $500^\circ\text{C}$  dan  $800^\circ\text{C}$  dengan ukuran partikel 40 nm dan 41 nm (Septiyana, 2013). Penelitian mengenai sintesis  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang hampir serupa juga kemudian dilakukan dengan memanfaatkan bijih besi dengan variasi suhu kalsinasi. Struktur rhombohedral pada suhu kalsinasi  $500^\circ\text{C}$  dan  $800^\circ\text{C}$ , dengan ukuran partikel yang sama yaitu 64.8 nm. (Zanur, 2017). Sintesis besi oksida  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dari batuan

besi juga telah berhasil dilakukan menggunakan metode kopresipitasi dengan penambahan asam laurat sebagai bahan aditif. Pada penambahan asam laurat sebesar 30 gram dihasilkan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan ukuran partikel 58-77 nm (Mairoza, 2016)

Di dalam penelitian ini, peneliti melakukan sintesis oksida besi terkorosi dengan memanfaatkan limbah besi. Adapun pemilihan limbah besi dikarenakan sejauh ini kebanyakan limbah besi hanya dibiarkan berserakan. Selain itu limbah besi sangat dimungkinkan untuk memiliki kandungan besi oksida yang tinggi. Sintesis dilakukan menggunakan metode *sol-gel* dengan variasi pH 7, 9, dan 11. Tujuan akhir yang hendak dicapai dalam penelitian ini ialah menyelidiki besarnya kandungan oksida yang terkandung di dalam limbah besi yang telah disintesis, serta fase yang terbentuk.

## METODE PENELITIAN

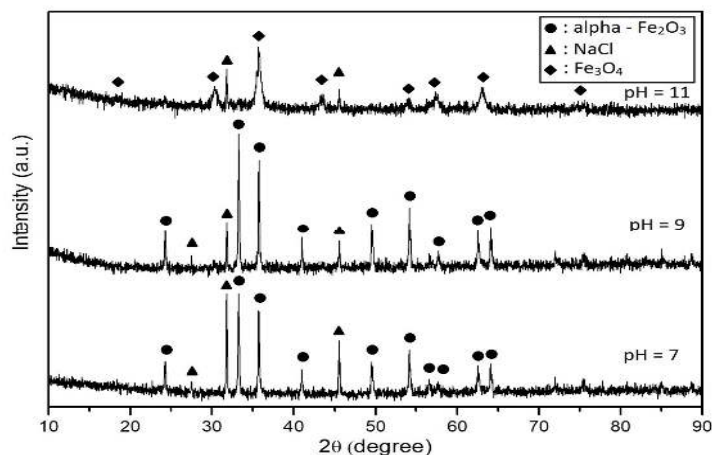
Sintesis diawali dengan merendam 21 gram limbah besi berkarat dengan 50 mL HCL Teknis 20% selama 7 hari menggunakan botol sampel. Limbah besi yang terlarut kemudian dipindahkan ke dalam gelas kimia dan direaksikan dengan larutan  $\text{H}_2\text{O}_2$  sebesar 60 mL. Setelah direaksikan dengan  $\text{H}_2\text{O}_2$ , selanjutnya sampel ditetesi NaOH 5M dengan variasi pH 7, 9, dan 11. Ketiga sampel kemudian *diaging* selama 24 jam pada temperature ruang. Sampel kemudian disaring dan endapan yang dihasilkan dikeringkan pada suhu  $250^\circ\text{C}$  selama 1 jam. Setelah dikeringkan, sampel kemudian *disintering* dengan suhu  $500^\circ\text{C}$  selama 4 jam. Setelah proses sintesis selesai, dilanjutkan dengan karakterisasi sampel. Karakterisasi yang dilakukan antara lain XRF untuk mengamati besarnya kadar besi oksida dan XRD untuk mengamati fase yang terbentuk.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi yang dilakukan dalam penelitian ini meliputi XRD untuk mengamati fase yang terbentuk di masing-masing variasi pH, serta ukuran kristalnya. Penentuan suhu sintering sebesar 500°C dilakukan dengan tujuan untuk menghilangkan seluruh mineral pengotor (Trilismana, 2015). Hasil penelitian menunjukkan keberhasilan sintesis yang dilakukan. Berdasarkan karakterisasi XRD yang telah dilakukan, dapat diamati bahwa pada pH= 7 dan 9, puncak Kristal

yang paling dominan adalah  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Puncak kristal NaCl juga muncul namun tidak dominan.

Besarnya kandungan  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada sampel dengan pH=9 yaitu sebesar 90.26%, hasil tersebut menunjukkan persentase yang sangat tinggi. Dengan persentase sebesar 90.26% maka hasil sampel tersebut sangat memungkinkan untuk dipadukan dengan senyawa tertentu untuk menghasilkan bahan feromagnetik.



Gambar 1. Hasil karakterisasi XRD pada sampel untuk masing-masing pH.

Pada variasi pH=11, tidak ditemukan  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> namun ditemukan besi oksida dalam bentuk Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Dalam suasana basa, semakin tinggi pH (semakin basa)  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> akan bertransisi menjadi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Hal ini terjadi akibat adanya transisi bilangan oksidasi (Ahn, 2012).

Ukuran partikel untuk masing-masing pH ditunjukkan pada tabel 1.

Tabel 1. Ukuran Kristal pada sampel dengan pH= 7, 9, dan 11.

pH	Oksida besi yang terbentuk	Ukuran partikel (nm)
7	$\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	99.137
9	$\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	99.140
11	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	24.939

Morfologi serbuk suatu material akan semakin mengecil ukuran diameternya ketika nilai pH nya menuju ke basa (yuniarti, 2013). Berdasarkan tabel 1, ukuran Kristal  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada pH= 7 dan 9 relatif sama, sedangkan pada pH=11 kristal Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> memiliki ukuran yang lebih kecil. Jika diamati pada pH=9 seharusnya memiliki ukuran partikel yang lebih kecil dari pH=7, namun tidak demikian pada penelitian ini, hal ini belum dapat dianalisis secara pasti penyebabnya.

## KESIMPULAN

Hasil penelitian menunjukkan bahwa sampel pada pH= 7 dan 9 memiliki fase  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, sedangkan pada pH=11 mengalami transisi fase menjadi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Ukuran partikel terkecil yaitu sebesar 24.939 nm terjadi pada pH=11. Selanjutnya pada pH=7 dan 9 ukuran partikel relatif sama.

## REFERENSI

Ahn, T., Kim, J.H., Yang, H.M., Lee, J.W., & Kim, J.D. 2012. Formation Pathways of Magnetite

Nanoparticles by Coprecipitation Methode. Journal of Physical Chermistry, pp. 6069-6076.

Madesa, T., Dewi, S, H., & Adi, W, A., 2016. Sintesis dan Karakterisasi Komposit Smart Magnetic Berbasis Brownmillerite dari Bijih CaFe<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>. *Jurnal Forum Nuklir*, 10 (2), pp. 96-101.

Mairoza, A., Astuti., 2016. Sintesis Nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dari Paduan Besi Menggunakan Asam Laurat Sebagai Bahan Aditif. *Jurnal Fisika Unand*, 5(3), pp. 282-286.

Ningseh, N, W., 2017. Sintesis dan Karakterisasi Nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> @ SiO<sub>2</sub> Core Cell Berbasis Bahan Alam. *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia*, 6(3), pp. 10-13.

Septiyana, K,D., Priyono., Yuswono., Rahman, T,P., Nugroho, D,W., Ikono, R., Nofrizal., Maulana, N,N., & Rochman, N,T., 2013. Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dari Bijih Besi Alam Melalui Metode Presipitasi. *Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung*, pp. 451-455.

Trilismana, Y., Budiman, A., 2015. Analisis Suseptibilitas Hasil Oksidasi Magnetit Menjadi Hematit Pasir Besi Pantai Sunur Kota Pariaman Sumatera Barat. *Jurnal Fisika Unand*, 4(2), pp. 150-156.

Yuniarti, E., Triwibowo, J., Suharyadi, E., 2013. Pengaruh pH, Suhu, dan Waktu pada Sintesis LiFePO<sub>4</sub>/C dengan Metode Sol-Gel sebagai Material Katoda untuk Baterai Sekunder Lithium. *Berkala Mipa*. pp. 218-228

Zanur, H., Putra A, K., & Astuti, O., 2017. Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dari Bijih Besi Di Jorong Kepalo Bukik Kabupaten Solok Selatan Menggunakan Metode Presipitasi. *Jurnal Fisika Unand*, 6(2), pp. 149-155.